# 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 Date of Application:

2003年11月 4日

出 願 番 号

特願2003-373860

Application Number: [ST. 10/C]:

[JP2003-373860]

出 願 人
Applicant(s):

日本特殊陶業株式会社

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office 2003年11月17日





ページ: 1/E

【書類名】 特許願

【整理番号】 103-0264-2

【提出日】平成15年11月 4日【あて先】特許庁長官殿【国際特許分類】H05B 03/14

H05B 03/18

【発明者】

1

【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町14番18号 日本特殊陶業株式会

社内

【氏名】 吉川 孝哉

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町14番18号 日本特殊陶業株式会

社内

【氏名】 堀田 信行

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町14番18号 日本特殊陶業株式会

社内

【氏名】 村越 新也

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市瑞穂区高辻町14番18号 日本特殊陶業株式会

社内

【氏名】 鈴木 啓之

【特許出願人】

【識別番号】 000004547

【氏名又は名称】 日本特殊陶業株式会社

【代表者】 羽賀 征治

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2003- 19577 【出願日】 平成15年 1月28日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010353 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 特許請求の範囲 1

 【物件名】
 明細書 1

 【物件名】
 図面 1

 【物件名】
 要約書 1

# 【書類名】特許請求の範囲

#### 【請求項1】

棒状の形態を有するとともに自身の先端側に抵抗発熱体が埋設されたセラミックヒータと、該セラミックヒータの後端側外周面を取り込むように接合された第1金属嵌合部材と、該第1金属嵌合部材より先端側に配置され、該セラミックヒータの外周面を取り囲むように接合された第2金属嵌合部材と、それぞれの金属嵌合部材と前記抵抗発熱体とを電気的に接続するためにセラミックヒータに埋設されたW及びMoの少なくとも一方を含んでなる一対の導電体と、該導電体の一方に形成され第1金属嵌合部材と接合する第1露出部と、前記導電体の他方に形成され第2金属嵌合部材と接合する第2露出部と、を備えるグロープラグにおいて、

前記第1露出部及び前記第2露出部にそれぞれ対向する前記第1金属嵌合部材及び第2金属嵌合部材の内周面に、イオン化傾向がNi以下の金属層が形成され、且つ該金属層は各露出部の面積に対して30%以上の面積と当接することを特徴とするグロープラグ。

#### 【請求項2】

前記金属層は、Ag及びAuの少なくとも一方を含んでなるイオン化傾向がH以下の金属層であることを特徴とする請求項1に記載のグロープラグ。

#### 【請求項3】

前記金属層の厚さが $0.2\sim10\mu$  mである請求項1又は2に記載のグロープラグ。

#### 【請求項4】

前記金属層の厚さが $0.3 \sim 10 \mu$ mである請求項1ないし3に記載のグロープラグ。

#### 【請求項5】

棒状の形態を有するとともに自身の先端側に抵抗発熱体が埋設されたセラミックヒータと、該セラミックヒータの後端側外周面を取り込むように接合された第1金属嵌合部材と、該第1金属嵌合部材より先端側に配置され、該セラミックヒータの外周面を取り囲むように接合された第2金属嵌合部材と、それぞれの金属嵌合部材と前記抵抗発熱体とを電気的に接続するためにセラミックヒータに埋設されたW及びMoの少なくとも一方を含んでなる一対の導電体と、該導電体の一方に形成され第1金属嵌合部材と接合する第1露出部と、前記導電体の他方に形成され第2金属嵌合部材と接合する第2露出部と、を備えるグロープラグの製造方法において、

前記第1露出部及び前記第2露出部にそれぞれ対向する前記第1金属嵌合部材及び第2金属嵌合部材の内周面に、イオン化傾向がNi以下の金属層を形成する工程の後に、該金属層を各露出部に対して当接するように前記各金属嵌合部材を前記セラミックヒータに接合する工程を経て形成されるグロープラグの製造方法。

# 【請求項6】

前記金属層を形成する工程は、Ag及びAuの少なくとも一方を含んでなるイオン化傾向がH以下の金属層を形成する工程であることを特徴とする請求項5に記載のグロープラグ

#### 【請求項7】

前記金属層と前記露出部とが30%以上の面積をもって当接させ、接合させることを特徴とする請求項5又は6に記載のグロープラグの製造方法。

#### 【書類名】明細書

【発明の名称】グロープラグ及びグロープラグの製造方法

#### 【技術分野】

 $[0\ 0\ 0\ 1]$ 

本発明は、ディーゼルエンジン予熱用のグロープラグに関する。

# 【背景技術】

# [0002]

従来、上記のようなグロープラグとして、筒状の主体金具の先端部内側に、棒状のセラミックヒータの先端部を突出させる形で配置したものが広く使用されている。そして、セラミックヒータへの通電は、電源に接続される主体金具の後端部に設けられた金属軸から、該金属軸とセラミックヒータとを接続する金属リード部を通り、第1金属嵌合部材、セラミックヒータの導電体(導電部、抵抗発熱体、導電部)、第2金属嵌合部材、主体金具の順で通過し、エンジンヘッド等を介して行われる。そして、従来のグロープラグにおいてセラミックヒータと金属リード部との接続は、接触抵抗の増大を抑えるために、例えば、抵抗発熱体に接続される導電部のセラミックヒータから露出された部分(以後、単に露出部ともいう)に金属メッキを施し、金属リード部を接続した金属嵌合部材に内嵌めしたものがある(特許文献1)。

#### [0003]

【特許文献1】特開昭61-175415号公報

#### 【発明の開示】

【発明の解決しようとする課題】

# [0004]

上記のように導電部の露出した部分にメッキをするために、あらかじめメッキを施した 導電部をセラミックヒータへ埋設する方法がある。しかし、この方法では、そのセラミックヒータの仕上げ研削工程や、金属嵌合部材、主体金具等とセラミックヒータとの接合工程時に露出部のメッキが凹んだり剥離したりするおそれがあり、導通が不安定となることがある。この問題を回避するために、導電部を埋設した後に露出部のみにメッキを施すことも考えられる。しかし、そのためにはセラミックヒータの露出部以外の部分がメッキされないようにマスキングをした上で、セラミックヒータ全体にメッキを施すことになる。即ちセラミックヒータ全体をメッキ液へ浸けることとなり、メッキ液に浸けられたセラミックは傷み、耐久性が落ちるということが発明者らの研究により明らかとなっている。

#### [0005]

そして、上記のようなセラミックヒータの導電部は、W、Moを含んでなるものがある。これは、セラミックヒータの導電部として、適度な抵抗値を持ち、また、導電部を包含するセラミック基体に近い熱膨張係数を持つため、グロープラグとしての信頼性を十分に得ることができる。しかし、その一方で、WやMoを含んでなる導電部において、露出部がセラミックヒータの発する熱によって自身の表面に酸化膜を形成することがあり、その結果として、単純に露出部に金属メッキを施したものであっても、金属嵌合部材と露出部との間の接触抵抗が増大してしまうおそれがあった。

#### [0006]

本発明の課題は、導電体と金属嵌合部材との接触抵抗の増大を低減し、導通確実な信頼性の高いグロープラグを提供すること、及び、そのグロープラグの製造方法を提供することである。

# 【課題を解決するための手段及び作用・効果】

#### [0007]

上記の課題を解決するために、本発明のグロープラグは、棒状の形態を有するとともに自身の先端側に抵抗発熱体が埋設されたセラミックヒータと、該セラミックヒータの後端側外周面を取り込むように接合された第1金属嵌合部材と、該第1金属嵌合部材より先端側に配置され、該セラミックヒータの外周面を取り囲むように接合された第2金属嵌合部材と、それぞれの金属嵌合部材と前記抵抗発熱体とを電気的に接続するためにセラミック

ヒータに埋設されたW及びMoの少なくとも一方を含んでなる一対の導電体と、該導電体の一方に形成され第1金属嵌合部材と接合する第1露出部と、前記導電体の他方に形成され第2金属嵌合部材と接合する第2露出部と、を備えるグロープラグにおいて、

前記第1露出部及び前記第2露出部にそれぞれ対向する前記第1金属嵌合部材及び第2金属嵌合部材の内周面に、イオン化傾向がNi以下の金属層が形成され、且つ該金属層は各露出部の面積に対して30%以上の面積と当接することを特徴とするグロープラグである。

# [0008]

上記本発明のグロープラグは金属嵌合部材内周面にイオン化傾向がNi以下の金属層を形成することを特徴としている。このため、金属嵌合部材の内周表面を平滑化して、金属嵌合部材とセラミックヒータの前記露出部とを機械的に接合することとなり、その露出部と金属嵌合部材との接合部において確実な導通を図ることができる。そして前記金属層は酸素との反応性が十分に低いイオン化傾向がNi以下の金属層とすることで、露出部の酸化を防止する効果を果たしている。なお、この効果をより高めるために、形状としては、金属層が環状に均一に形成されることが望ましく、材質としては、高温の水蒸気と反応しない、イオン化傾向がH以下の金属を用いることが望ましい。

#### [0009]

さらに本発明のグロープラグは、金属層と露出部とが接合する面積が、各露出部の面積に対してそれぞれ30%以上である。このため、露出部と金属層が効果的に接合でき、接触抵抗の増大を抑制でき、グロープラグとして求められる性能を十分に発揮することができる。なお30%を満たさない場合、繰り返し使用するにしたがって、金属層の当接していない露出部が酸化してしまい、その酸化が当接面にまで浸食し、接触抵抗が増大してしまう。その結果、ヒータへの導通も不確実なものとなり、信頼性の高いグロープラグを提供することができない。

# [0010]

本発明のグロープラグは、前記金属層の厚さが 0.2~10μmであることが望ましい

#### $[0\ 0\ 1\ 1]$

本発明のグロープラグにおいて、金属層の厚さが $0.2\sim10\,\mu$  mとなることで有効に接触抵抗の増大を抑制できる。なお、 $0.2\,\mu$  m未満では上記効果が乏しく、 $10\,\mu$  mを超えて金属層を形成しても効果が向上することなく、製造にかかるコストや時間が増大するのみである。該金属層の厚さがさらに望ましいのは $0.3\sim10\,\mu$  mである。厚さが $0.2\,\mu$  mであると、製品の信頼性には問題ない範囲であるものの若干接触抵抗が上昇することが確認できる。しかし、 $0.3\,\mu$  mあれば、この問題を十分回避した製品を提供することができる。

#### $[0\ 0\ 1\ 2]$

本発明のグロープラグは、棒状の形態を有するとともに自身の先端側に抵抗発熱体が埋設されたセラミックヒータと、該セラミックヒータの後端側外周面を取り込むように接合された第1金属嵌合部材と、該第1金属嵌合部材より先端側に配置され、該セラミックヒータの外周面を取り囲むように接合された第2金属嵌合部材と、それぞれの金属嵌合部材と前記抵抗発熱体とを電気的に接続するためにセラミックヒータに埋設されたW及びMoの少なくとも一方を含んでなる一対の導電体と、該導電体の一方に形成され第1金属嵌合部材と接合する第1露出部と、前記導電体の他方に形成され第2金属嵌合部材と接合する第2露出部と、を備えるグロープラグの製造方法において、

前記第1露出部及び前記第2露出部にそれぞれ対向する前記第1金属嵌合部材及び第2金属嵌合部材の内周面に、イオン化傾向がNi以下の金属層を形成する工程の後に、該金属層を各露出部に対して当接するように前記各金属嵌合部材を前記セラミックヒータに接合する工程を経て形成される。

#### [0013]

本発明のグロープラグの製造方法は、第1金属嵌合部材、第2金属嵌合部材のそれぞれ

の内周面に金属層を形成する。このため、セラミックヒータの仕上げ研削工程時や金属嵌合部材とセラミックヒータとの接合工程時に露出部を傷つけてしまうようなおそれがなく、 、導通が不安定になる危険性を防ぐことができる。

# [0014]

そして、その金属層と露出部が30%以上の面積をもって当接するようにすると、前述の効果をより有効に得ることができるグロープラグを製造することができる。

#### [0015]

なお、金属嵌合部材に金属層を形成する方法としては、スパッタ法、メッキ法、真空蒸着法等のどのような薄膜形成法を用いてもよい。特に、メッキ法を用いて金属層を形成するとよい。メッキ法により金属層を形成することで、金属嵌合部材の内周面に一様に金属層が形成される。これにより、締まり嵌めにて金属嵌合部材と断面が円形であるセラミックヒータとを嵌合させるため、該金属嵌合部材にひずみを生じることがなく、金属嵌合部材に熱応力がかかったとしても、熱応力のかかる方向は一様となり、金属嵌合部材に亀裂が入ったり、グロープラグが破損したりする危険性を低減させることができる。

#### 【発明の実施の形態】

#### $[0\ 0\ 1\ 6]$

以下、本発明の実施の形態の一例を、図面を用いて説明する。

図1は、本発明のグロープラグの一例を、その内部構造とともに示すものである。また、図2は、その要部を拡大して示すものである。該グロープラグ50は、セラミックヒータ1とこれを保持する主体金具4とを有する。セラミックヒータ1は棒状の形態を有し、自身の先端部2fに抵抗発熱体11が埋設されている。また、抵抗発熱体11に通電するための第1ヒータ端子(第1露出部)12aがセラミックヒータ1の後端部2r外周面に露出形成されている。第2端子リング(第2金属嵌合部材)3は筒状に形成され、セラミックヒータ1を、自身の後端部2r及び先端部2fをそれぞれ軸線O方向において突出させる形で自身の内側に保持している。主体金具4は、第2端子リング3に同軸的に結合される筒状に形成されている。

#### $[0\ 0\ 1\ 7]$

次に、主体金具4の外周面には、図示しないエンジンブロックにグロープラグ50を固定するための、取付部としてのねじ部5が形成され、後端部4rには金属軸6が取り付けられている。該金属軸6は棒状の形態をなし、主体金具4の後端部4rの内側に軸線O方向に挿入されるとともに、該軸線O方向において自身の先端面6fがセラミックヒータ1の後端面1rと対向する形で配置されている。他方、セラミックヒータ1の後端部2rの外周面には、第1ヒータ端子12aと導通する第1端子リング(第1金属嵌合部材)14が、締まり嵌め状態にて該第1ヒータ端子12aを覆うように取り付けられている。そして、金属軸6と第1ヒータ端子12aとは、一端が第1端子リング14に結合され、他端が金属軸6に結合された金属リード部17により、電気的に接続されている。

#### [0 0 1 8]

セラミックヒータ1の外周面には、軸線O方向において第1ヒータ端子12aよりも前方側に、抵抗発熱体11に通電するための第2ヒータ端子(第2露出部)12bが露出形成されている。そして、該第2ヒータ端子12bを覆うとともにこれと導通する円筒状の第2端子リング3が、セラミックヒータ1の後端部2rを自身の後方側に突出させた状態にて、該セラミックヒータ1の外周面に締まり嵌め状態にて取り付けられている。そして、主体金具4は、円筒状のヒータ保持面4aにおいて該第2端子リング3の外周面に取り付けられている。

#### $[0\ 0\ 1\ 9]$

さらに、本発明においては、金属嵌合部材としての第1端子リング14、第2端子リング3のそれぞれには、それらリングの内側表層部は、上記したようなイオン化傾向がΝi以下の例えばСuの金属層41とされている。図8は、金属嵌合部材としての第1端子リング14の軸断面を示すものである。図8に示すように、内周面41aからさらに第1端子リング14の内部に向かって、厚さw(μm)の金属層41が形成されている。なお、

金属層41の厚さwは、0.2~10μmとなっている。このような厚さの層を形成する には、たとえば、スパッタ法、メッキ法、真空蒸着法等の方法を好適に採用することがで きる。すなわち、セラミックヒータ1と端子リングとを締まり嵌めにより組み付けてグロ ープラグを作製したときに、各ヒータ端子12a、12bのそれぞれ対向する端子リング の内周部に、イオン化傾向がNi以下の金属層41が形成されればよいのである。

#### [0020]

また、上記の金属層は一層のみ形成するようにしても良いし、複数層を形成するように してもよい。例えば、金属嵌合部材との密着性が悪い金属層を形成しようとした場合、ま ず、金属嵌合部材と比較的密着性のよい下地金属層を形成した後、所望の成分にてなる金 属層を形成してもよい。例えば、金属嵌合部材の内周面上に薄いNiストライクメッキ層 を形成した後、さらにCuメッキ層を形成するのが特に効果的である。なお、本実施形態 においては端子リングの内周面に、電解メッキ法により金属層を形成したが、周知の無電 解メッキ法、スパッタ法、蒸着法、印刷法、CVD法によりセラミックヒータ1側に金属 層を形成してもよい。

# [0021]

このような、金属層の形成により、金属嵌合部材としての第1端子リング14及び第2 端子リング3をセラミックヒータ1に嵌合することによるヒータ端子12a.12bとの 接触抵抗を、10mΩ以下に抑えることができる。このように接触抵抗を低減することが できれば、セラミックヒータ1と各端子リング14、3との間の発熱を抑制することがで き、ひいては、使用状態における緊束力の低下を抑制する。

#### $[0 \ 0 \ 2 \ 2]$

例えば、金属嵌合部材を第1端子リング14としたときの該接触抵抗の測定方法は次の ようにする。まず、図7(a)に示すように、グロープラグ50から第1端子リング14 が取り付けられたままの状態のセラミックヒータ1を取り出す。このとき、第1ヒータ端 子12aと第1端子リング14とは導通状態である。ついで、第1端子リング14と第2 ヒータ端子12bとの間に電流を通電し抵抗を測定して、その測定値を分解前抵抗R1( Ω)とする。次に、図7(b)に示すように、嵌合している第1端子リング14をセラミ ックヒータ1から取り外して分解状態とする。そして、セラミックヒータ1の外周面に露 出された第1ヒータ端子12aと第2ヒータ端子12bとの間の抵抗を測定し、分解後抵 抗R2(Ω)とする。金属嵌合部材としての第1端子リング14と第1ヒータ端子12a との接触抵抗は、R2−R1(Ω)として表す。また、第2端子リング3においても、同 様の方法において、接触抵抗を測定することができる。なお、分解前抵抗は、第1端子リ ング14及び第2端子リング3とを取り付けたままでの通電抵抗として、これに基づいて 第1端子リング14及び第2端子リング3の両者に起因する接触抵抗を、本明細書中の接 触抵抗としてもよい。そしてこの接触抵抗は、(R1-R2)/R2×100≦20(% )を満足するようにしてもよい。

#### [0023]

次に、主体金具4と第2端子リング3との組み付け形態については、例えば両者の内外 周面の隙間を充填する形でろう付けするか、あるいは主体金具4の先端4 f 側開口内縁と 第2端子リング3の外周面とを全周レーザー溶接する形で固定するようにしてもよいが、 本実施形態では、主体金具4もヒータ保持面4aにおいて、第2端子リング3の外周面に 締まり嵌め状態にて取り付けるようにしている。これにより、グロープラグ50の組立て 工程を一層簡略化することができる。もちろん、上記方法を組み合わせ、圧入前にろう付 けしてもよい。この様にすれば、接合強度はより強固なものとなる。また、主体金具4の 第2端子リング3に対する嵌合面(ヒータ保持面4a)が軸線0方向において、第2端子 リング3とセラミックヒータ1との嵌合面と重なる形となるので、セラミックヒータ1に 対する第2端子リング3の緊束力に主体金具4の緊束力が重畳され、第2端子リング3と セラミックヒータ1との嵌合の気密性を一層高めることができる。

#### [0024]

セラミックヒータ1への各端子リング14、3の組み付けは、例えば図4に示すように

、個々の端子リング14あるいは3をセラミックヒータ1に対し、端部から軸線方向に挿入しつつ圧入する方法で組み付けることができる。なお、圧入に替えて焼き嵌めを用いてもよい。このうち、第1端子リング14については、第1ヒータ端子12aとの導通が確保できる程度の緊東力が得られればよい。他方、第2端子リング3については、第2ヒータ端子12bとの導通確保に加え、嵌合面における気密性を確保する必要があることから、第1端子リング14よりは強い緊東力が求められる。いずれも、室温ではもちろん、各部に熱膨張が生ずるセラミックヒータ1の温度上昇時においても、必要十分な緊束力が確保されていることが重要である。一般に、セラミックと金属を比較した場合、インバーなどの特殊な合金を除けば、金属のほうが線膨張係数は高く、端子リング14、3は昇温時には緊東力が緩みやすくなる傾向にある。

#### [0025]

図2に示すように、金属リード部17は、金属軸6と第1端子リング14との間で屈曲した形で配置されている。これにより、セラミックヒータ1の発熱により加熱/冷却サイクルが加わった場合でも、金属リード部17は、その屈曲部分で膨張/収縮を吸収することができ、ひいては金属リード部17と第1端子リング14との接合部に過度の応力が集中して接触不良や断線等の不具合が生ずることを防止できる。他方、金属リード部17と金属軸6との接合を容易にかつ強固に行うために、金属リード部17の金属軸6との接合端部が金属軸6の外周面先端部に対し、平面状の接合面をもって結合されている。例えば、金属リード部17と金属軸6とを抵抗溶接により接合する場合、接合面を平面状としておくことは、抵抗溶接時の加圧力を均等に付加し、欠陥の少ない溶接部を形成する上でも有利となる。

# [0026]

他方、金属リード部17と第1端子リング14との接合は、第1端子リング14をセラミックヒータ1に圧入等により組み付ける際に邪魔とならないように、先に第1端子リング14をセラミックヒータ1に組み付けておいてから、その組み付けられた第1端子リング14の例えば外周面に金属リード部17の末端部を接合することが望ましい。この場合、その接合方法としては、抵抗溶接やろう付けが採用可能である。

#### [0 0 2 7]

セラミックヒータ1は、絶縁性セラミックからなるセラミック基体13中に抵抗発熱体11が埋設された棒状のセラミックヒータ素子として構成されている。本実施形態においては、セラミックヒータ1は、絶縁性セラミックからなるセラミック基体13中に導電性セラミックからなるセラミック抵抗体10が埋設されたものとして構成されている。セラミック抵抗体10は、セラミックヒータ1の先端部2fに配置される第一導電性セラミックからなり抵抗発熱体として機能する第一抵抗体部分11と、該第一抵抗体部分11の後方側において、セラミックヒータ1の軸線O方向に延伸する形で配置され先端部が第一抵抗体部分11の通電方向における両端部にそれぞれ接合されるとともに、第一導電性セラミックよりも抵抗率が低い第二導電性セラミックからなり導電部として機能する1対の第二抵抗体部分12、12とを有する。そして、セラミック抵抗体10の1対の第二抵抗体部分12、12とを有する。そして、セラミック抵抗体10の1対の第二抵抗体部分12、12には、それぞれ軸線O方向における互いに異なる位置に分岐部が形成され、それら分岐部の、セラミックヒータ1の表面への露出部が、それぞれ第1ヒータ端子12 a及び第2ヒータ端子12bを形成してなる。

#### [0028]

なお、抵抗発熱体11への通電は、例えば図6に示すように、セラミック基体13中に埋設されるW及びMoの少なくとも一方を含んで成る合金等の高融点金属線材からなる埋設リード線18、19を介して行うこともできる。この場合、第1ヒータ端子は埋設リード線18の、また第2ヒータ端子は埋設リード線19の、各露出部18a及び19aとして形成される。なお、この場合においても、第1端子リング14及び第2端子リング3とセラミックヒータ1との間の接触抵抗は、本発明の範囲内となっている。

#### [0029]

次に、セラミック基体13を構成する絶縁性セラミックとして、本実施形態では窒化珪

素質セラミックが採用されている。窒化珪素質セラミックの組織は、窒化珪素(Si3N を主成分とする主相粒子が、後述の焼結助剤成分等に由来した粒界相により結合された形態のものである。なお、主相は、SiあるいはNの一部が、AlあるいはOで置換されたもの、さらには、相中にLi、Ca、Mg、Y等の金属原子が固溶したものであってもよい。

# [0030]

窒化珪素質セラミックには、周期律表の3A、4A、5A、3B(例えばAI)及び4B(例えばSi)の各族の元素群及びMgから選ばれる少なくとも1種を前記のカチオン元素として、焼結体全体における含有量にて、酸化物換算で1~10質量%含有させることができる。これら成分は主に酸化物の形で添加され、焼結体中においては、主に酸化物あるいはシリケートなどの複合酸化物の形態にて含有される。焼結助剤成分が1質量%未満では緻密な焼結体が得にくくなり、10質量%を超えると強度や靭性あるいは耐熱性の不足を招く。焼結助剤成分の含有量は、望ましくは2~8質量%とするのがよい。焼結助剤成分として希土類成分を使用する場合、Sc、Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Luを用いることができる。これらのうちでもTb、Dy、Ho、Er、Tm、Ybは、粒界相の結晶化を促進し、高温強度を向上させる効果があるので好適に使用できる。

# [0031]

次に、セラミック抵抗体10を構成する第一抵抗体部分11及び第二抵抗体部分12、 12は、前記した通り電気抵抗率の異なる導電性セラミックにて構成されている。両導電 性セラミックの電気抵抗率を互いに異なるものとする方法は特に限定されず、例えば、

a:同種の導電性セラミック相を用いつつ、その含有量を互いに異ならせる方法;

b:電気抵抗率の異なる異種の導電性セラミック相を採用する方法;

c: aとbの組み合わせによる方法;

等、種々例示できるが、本実施形態では a の方法を採用している。

#### [0032]

導電性セラミック相としては、例えば、炭化タングステン(WC)、二珪化モリブデン(MoSi2)及び二珪化タングステン(WSi2)等、周知のものを採用できる。本実施形態ではWCを採用している。なお、セラミック基体13との線膨張係数差を縮小して耐熱衝撃性を高めるために、セラミック基体13の主成分となる絶縁性セラミック相、ここでは窒化珪素質セラミック相を配合することができる。従って、絶縁性セラミック相と尊電性セラミック相との含有比率を変化させることにより、抵抗体部分を構成する導電性セラミックの電気抵抗率を所望の値に調整することができる。

#### [0033]

具体的には、抵抗発熱部をなす第一抵抗体部分11の材質である第一導電性セラミックは、導電性セラミック相の含有率を10~25体積%、残部を絶縁性セラミック相とするのがよい。導電性セラミック相の含有率が25体積%を超えると、導電率が高くなりすぎて十分な発熱量が期待できなくなり、10体積%未満になると逆に導電率が低くなりすぎ、同様に発熱量が十分に確保できなくなる。

#### [0034]

他方、第二抵抗体部分12、12は、その第一抵抗体部分11に対する導通経路となるものであり、その材質である第二導電性セラミックは導電性セラミック相の含有率を15~30体積%、残部を絶縁性セラミック相とするのがよい。導電性セラミック相の含有率が30体積%を超えると焼成による緻密化が困難となり、強度不足を招きやすくなるほか、エンジン予熱のために通常使用される温度域に到達しても電気抵抗率の上昇が不十分となり、電流密度を安定化させるための自己飽和機能が実現できなくなる場合がある。他方、15体積%未満では第二抵抗体部分12、12での発熱が大きくなりすぎて、第一抵抗体部分11の発熱効率が悪化することにつながる。本実施形態では、第一導電性セラミック中のWCの含有率を16体積%(55質量%)、第二導電性セラミック中のWCの含有率を20体積%(70質量%)としている(残部いずれも窒化珪素質セラミック(焼結助

剤含む))。

# [0035]

本実施形態においてセラミック抵抗体10は、第一抵抗体部分11がU字形状をなし、そのU字底部がセラミックヒータ1の先端2f側に位置するように配置され、第二抵抗体部分12、12は、該U字形状の第一抵抗体部分11の両端部からそれぞれ軸線O方向に沿って後方に延伸する、互いに略平行な棒状部とされている。

# [0036]

セラミック抵抗体10において第一抵抗体部分11は、動作時に最も高温となるべき先端部11aに対して電流を集中するために、該先端部11aを両端部11b、11bよりも細径としている。そして、第二抵抗体部分12、12との接合面15は、その先端部11aよりも径大となった両端部11b、11bに形成されている。

## [0037]

なお、図6のように、埋設リード線18、19をセラミック中に配置する構造では、高温下でヒータ駆動用の電圧を印加したときに、埋設リード線18、19を構成する金属原子が、その電界勾配による電気化学的な駆動力を受けてセラミック側に強制拡散する、いわゆるエレクトロマイグレーション効果によって消耗し、断線等を生じやすくなる場合がある。しかし、図2の構成では埋設リード線が廃止されていることから、上記エレクトロマイグレーション効果の影響を本質的に受けにくい利点がある。

# [0038]

次に、図1に示すように、主体金具4の後端部4r内側には、前述の通り、セラミックヒータ1に電力を供給するための金属軸6が主体金具4と絶縁状態にて配置されている。本実施形態では、金属軸6の後端側外周面と主体金具4の内周面との間にセラミックリング31を配置し、その後方側にガラス充填層32を形成して固定する形としている。なお、セラミックリング31の外周面には、径大部の形でリング側係合部31aが形成され、主体金具4の内周面後端寄りに、周方向段部の形で形成された金具側係合部4eに係合することで、軸線方向前方側への抜け止めがなされている。また、金属軸6のガラス充填層32と接触する外周面部分には、ローレット加工等による凹凸が施されている(図では網掛けを描いた領域)。さらに、金属軸6の後端部は主体金具4の後方に延出し、その延出部に絶縁ブッシュ8を介して端子金具7がはめ込まれている。該端子金具7は、周方向の加締め部9により、金属軸6の外周面に対して導通状態で固定されている。

#### [0039]

グロープラグ50は、主体金具4の取付部5において、セラミックヒータ1の先端部2fが燃焼室内に位置するようにディーゼルエンジンに取り付けられる。そして、端子金具7を電源に接続することで、金属軸6→金属リード17→第1端子リング14→セラミックヒータ1→第2端子リング3→主体金具4→(エンジンブロックを介して接地)の順序で電流が流れ、セラミックヒータ1の先端部2fが発熱して、燃焼室内の予熱を行うことができる。

#### [0040]

以下、グロープラグ50の製造方法について説明する。

まず、図3に示すように、セラミック抵抗体10となるべき抵抗体粉末成形部34を、射出成形により作成する。また、セラミック基体13を形成するための原料粉末を予め金型プレス成形することにより、上下別体に形成された基体成形体としての分割予備成形体36、37を用意しておく。これら分割予備成形体36、37には、上記抵抗体粉末成形部34に対応した形状の凹部37a(分割予備成形体36側の凹部は図面に表れていない)をその合わせ面に形成しておき、ここに抵抗体粉末成形部34を収容して分割予備成形体36、37を上記合わせ面において嵌め合わせ、さらにプレス・圧縮することにより、図3(b)に示すように、これらが一体化された複合成形体39を作る。

#### [0041]

こうして得られた複合成形体39を脱バインダ処理後、ホットプレス等により1700 ℃以上、例えば約1800℃前後で焼成することにより、焼成体とし、さらに外周面を円

8/

筒状に研磨にすればセラミックヒータ1が得られる。そして、図4に示す、あらかじめイオン化傾向がNi以下(例えばCu)のメッキ処理を内周面に施した第1端子リング14及び第2端子リング3を該セラミックヒータ1に例えば圧入により締まり嵌め嵌合させ、さらに金属リード部17及び主体金具4などの必要な部品を組み付ければ、図1に示すグロープラグ50が完成する。上記メッキ処理は、第1ヒータ端子12a、第2ヒータ端子12b、それぞれの露出部に対向する面に各露出部と当接するように金属層を形成すればよいが、実際には、図8に示す様に内周全面、若しくは内外周全面にわたってメッキ処理を行うのが容易であり、効果的である。

# 【実施例】

# [0042]

以下、本発明の効果を確認するために行った実験結果について説明する。

まず、図1に示す形態のセラミックヒータ1を、上記説明した方法により作製した。ただし、セラミックヒータ1の長さ1は40mm、外径 $\phi$ は3.5mmであり、第二抵抗体部分12、12の太さは1mm、さらに第1ヒータ端子12aは軸線O方向に沿った平行な線分(2.0mm)のそれぞれの先端側端点を連結する円弧 r(半径 r = 0.4 mm)、それぞれの後端側端点を連結する円弧(同前)により規定された領域(例えば、陸上競技におけるトラックのような形状)、第2ヒータ端子12bは直径 R = 0.8 mmの円状領域とした。以後、記載の実施例においてセラミックヒータ1はすべて上記のものを使用した。寸法の詳細を図9(a)に示す。

# [0043]

# (実験例1)

前述したSUS 6 3 0 を用いて第 1、第 2 端子リング 1 4、3 を作製した。第 1 端子リングは肉厚が 0.25 mm、軸線方向への長さが 0.5 ~ 6 mm(実験例 A:6.0 mm、実験例 B:2.8 mm、実験例 C:2.2 mm、実験例 D:1.3 mm実験例 E:0.8 mm、実験例 F:0.5 mm)、内径 d 1 は  $\phi$  3.4 mmとし、第 2 端子リング 3 は肉厚が 0.85 mm、軸線 O 方向への長さが 20 mm、内径 d 1'が 3.4 mmとなるものを用意した。次いで、セラミックヒータ 1と嵌合する第 1、第 2 端子リング 1 4、3 の内周側に、周知の全塩化物浴を使用して Niストライクメッキ層を形成した後、さらに硫酸塩浴を使用して Cuメッキ層を形成し、厚さ 3.2  $\mu$  mの金属層 4 1 とした。

#### [0044]

このようにして作製した第2端子リング3を治具で固定し、セラミックヒータ1の所定位置に圧入により組み付けた。この所定位置とは図4に示すような、第2端子リング内周面にメッキされた金属層が第2ヒータ端子12bと完全に当接する形で、第2端子リング3が嵌合された状態である。

#### [0045]

第1端子リング14も同様に治具で固定し、セラミックヒータ1に圧入により組み付けた。この際、セラミックヒータ1の第1ヒータ端子12aの表面積をSとし、第1端子リング(図示しない)内周面に設けられた金属層41の前記第1ヒータ端子12aに当接する面積をSとした時に、図9(b)実験例A、Bに示すS=sとなるもの、実験例Cに示すS>s(=0.8S)となるもの、実験例Dに示すS>s(=0.5S)となるもの、実験例Eに示すS>s(=0.2S)となるものをそれぞれ用意した。なお、圧入時においては、各リングの内面には潤滑剤(パスキンM30(商品名:共栄社化学(株))を適量塗布し、圧入後に300℃にて該潤滑剤の分解処理を行っている。

#### [0046]

そして、上記圧入操作によってセラミックヒータ1に割れあるいはクラック等の欠陥が発生していないか評価したうえで次の加熱耐久試験を行った。上記セラミックヒータ1と金属嵌合部材との組立体を図示しない熱サイクル処理炉内に載置し、接合部温度が450℃になるよう30秒間加熱した後、接合部が50℃になるように30秒間冷却を行う。これを1サイクルとし、接触抵抗が上昇するまで試験を延長した。その結果を図10に示す

[0047]

第2端子リング3を第2ヒータ端子12bの露出部面積Sより大なる面積sで金属層14が当接するように嵌合させたように第1端子リング14を第1ヒータ端子12aより大なる面積の金属層が当接するように勘合させたもの、即ちS=sなる図9(b)の実験例Aにおいては、80万サイクルを超えても接触抵抗の上昇が全く見られず、導通確実なものであった。図9(b)の実験例Bは実験例Aと同様なS=sであるが、第1ヒータ端子12aを覆いうる最小の大きさの金属層であったために、くり返し試験を行うことによって、第1ヒータ端子12aの最外縁(図9(b)の実験例Bにおいて、図面上下端)より微少な酸化膜形成が認められた。故に実験例Aよりも劣る結果となっているが、信頼性の高いグロープラグとしての判断基準は、本試験において20万サイクルを超えても接触抵抗が上昇しないことであるため、接触抵抗の上昇を低減する効果は十分に有している。

# [0048]

得られた結果図10より、第1ヒータ端子12aと当接する第1端子リング14にメッキを施した部分は、該端子の表面積の30%以上あることが接触抵抗の上昇を低減することができ、有効であることがわかる。もちろん、各露出部に対して30%以下の金属層が当接する形態であっても接触抵抗の上昇を抑える効果はあるが、グロープラグとしては上記のように30%以上であることが望ましい。そして、この結果は第2ヒータ端子12b及び第2端子リング3に対しても同様のことがいえる。

#### [0049]

一方、図10に示した実験例1FのS>s(=0.2 S)なるものは、第1露出部12 aの第1端子リング14の内周面に形成した金属層41の当接していない露出部より酸化 層の形成が認められた。この酸化層がくり返し試験によって前記ヒータ端子と金属層の当 接部に侵入するために20万サイクル以下で接触抵抗が上昇する結果となった。

#### [0050]

#### (実験例2)

次に、金属嵌合部材内周面に施すメッキをイオン化傾向が最も小さいAuを例として上記実験と同様の測定をした。その結果を図10にあわせて示す(2A~2F)。

# [0051]

この結果と前実施例との比較により、金属層のイオン化傾向がより小さいほどヒータ端子の取り出し部分における接触抵抗の上昇を抑制する効果が大きいと言える。同様にイオン化傾向がNi以下であるNi、Agについても、同図10に示すように(Ni:3A~3F、Ag:4A~4F)、イオン化傾向の大小に比例した性能が得られることがわかる。即ち、同じ使用状況下で比較をすれば、イオン化傾向が小さいほど長寿命化し、より高温の状況で使用しても同程度の耐久性が期待できると言える。しかし、実際にディーゼルエンジンに取り付け使用する場合には、イオン化傾向がNi以下であれば十分に効果を得ることができ、性能、コストの両面を考慮するとCuメッキを施すのが適している。したがって、性能、寿命、コスト等を考慮して適宜イオン化傾向がNi以下の金属、例えばNi、Ag、Cu、Au等を金属層41として利用することが可能であり、より高性能、長寿命を必要とする場合のみに上記したAuのようなイオン化傾向がH以下の、Ag、Auといった高温の酸素、水蒸気と反応しないようなものを用いればよい。

#### [0052]

次に、前記金属層の厚さに関して検証した。まず、内径を3.3 mmとした第1端子リング14に、実施例1と同様の方法により、金属層41としてのメッキ層を種々の厚さに形成した。そしてこれらに、セラミックヒータを前記実施例1Aの形態にて圧入により組み付けた。そして、前述した方法により、第1端子リング14における接触抵抗を求めた。なお、比較例としてメッキ層を設けないものを用意し、同一の試験品を4セットについて、室温、400℃で100時間加熱後、500℃で100時間加熱後、600℃で10時間加熱後、600℃で10時間加熱後の接触抵抗を各々測定し、変化を調べた。結果を表1に示す。

#### [0053]

# 【表1】

	セラミックヒータ 第1端子リング			金属層 接触抵抗(mΩ)					
		内径dl (mm)	材質	材質	厚さ(µm)	初期(室温)	400°C	500℃	600°C
比較例3-1	3.5	3.3	SUS630			16	16	192	2304
				Niストライク					
実施例3-2	<u> </u>	<b>1</b>	1	+Cuメッキ	0.1	4	12	50	1000
実施例3-3		<u> </u>	<u> </u>		0.2	5	6	8	12
実施例3-4	1	<b>1</b>	<u> </u>	1	0.3	2	4	4	4
実施例3-5		1	1	1	2.7	3	3	3	3
実施例3-6	1		1	T T	6.1	2	2	2	2
実施例3-7	1	1	1	1	10.0	5	5	5	5
実施例3-8	<u> </u>	1	1		15.0	7	-		_

# [0054]

金属層41を形成していない比較例3-1については、室温(初期)での接触抵抗も金 属層41を形成した他の実施例(3-1~3-7)に比べると若干劣り、熱試験を行うに 伴って次第に抵抗値が増大した。これではグロープラグとしての十分な耐久性を期待する ことはできない。また、金属層41を施したものであっても、実施例3-2に示した第1 端子リング14に施した金属層41の厚さが0.1μmのものでは十分な耐久性を持ち合 わせていない。その厚さが 0.  $2 \mu m$  (実施例 3-3)であれば、  $600 \mathbb{C}$ 、 100 時間後 の熱試験後では若干接触抵抗が上昇するものの、グロープラグとして十分な耐久性を持っ ていることがわかる。もちろん、実施例3-4~3-7に示す金属層41の厚さが0.3 ~10μmであれば、熱試験後であっても接触抵抗の上昇はほとんど無く(あったとして も微量増加であり、耐久性に問題を生じさせない。)、より望ましい。しかし、この金属 層 1 4 の厚さが 1 0 μ mを超えてしまうと、金属層 4 1 を施した第 1 端子リング 1 4 とセ ラミックヒータ1とを勘合させる際に、クリアランスが不足するため、金属層41が欠け てしまうという問題が生じる。たとえ金属層41が欠けることが無く、熱試験における耐 久性がグロープラグの耐久性として十分に満足するとしても、実質的な問題としてコスト が嵩むという問題がある。したがってグロープラグとしては実施例3-2~3-7に示す 0. 2~10 μ m程度の金属層 4 1 が形成されていればよい。

#### [0055]

また、金属層 4 1 としてのメッキ層が 0.  $2 \mu$  mよりも小さい場合は、金属層 4 1 の厚さが不足し、クラックの発生を抑制する効果を持続できなくなり、抗折強度が低下する問題もある。一方、メッキ層の厚さが  $10 \mu$  mを超えてしまうと、圧入時に一部メッキ層の剥がれ落ちが確認された。これは、メッキ層の厚さを  $10 \mu$  mを超えて形成しても、メッキ工程に要する時間やコストを増大させるだけで、効果の向上は望めないことを裏付けている。

# [0056]

以上より、本発明においては金属層 4 1 としてのメッキ層を 0 .  $2 \sim 1$  0  $\mu$  mの範囲内に調整して形成すれば、金属層 4 1 の備える効果を存分に発揮させることができ、さらにはコストや要する時間も抑制できるといえる。

#### [0057]

以上の実験結果からも、本発明のグロープラグ50が長期にわたり高いレベルで信頼性 を維持できる。

#### 【図面の簡単な説明】

#### [0058]

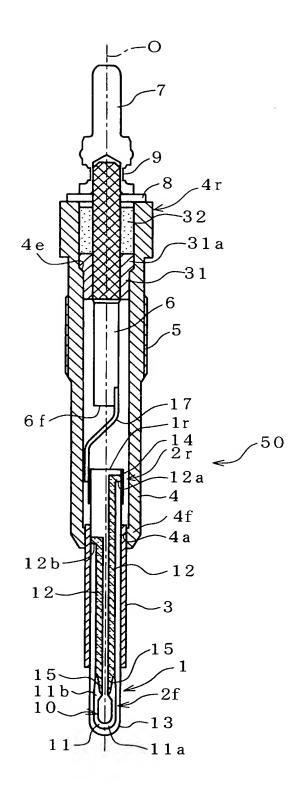
- 【図1】本発明のグロープラグの一実施例を示す縦断面図。
- 【図2】図1の要部を示す縦断面図。
- 【図3】図1のグロープラグの製造工程の説明図。
- 【図4】図3に続く説明図。
- 【図5】分解後締め代の算出に使用する部位を説明する図。
- 【図6】図1のグロープラグの第一変形例を示す要部縦断面図。
- 【図7】接触抵抗の測定方法を説明する図。

- 【図8】第1端子リングの内周面領域に形成されている金属被覆層の形態を示す図。
- 【図9】実施例に用いたグロープラグの寸法の詳細を示す図、及び第1ヒータ端子に 当接する金属層の割合を示す実験例の図。
- 【図10】実験例の結果を示す図。

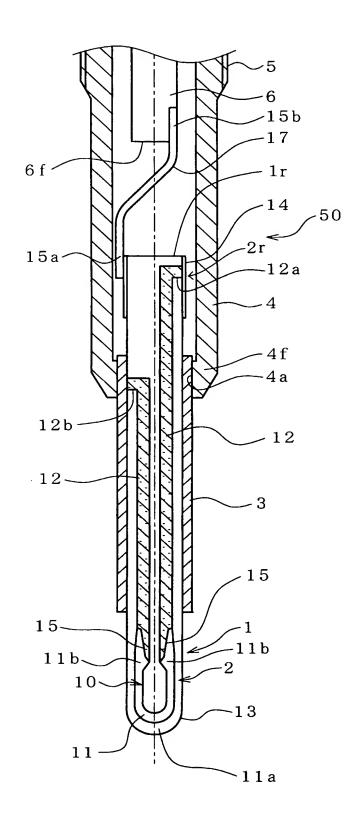
# 【符号の説明】

- [0059]
- 1 セラミックヒータ
- 2 f セラミックヒータ先端部
- 2 r セラミックヒータ後端部
- 3 第2端子リング(金属嵌合部材)
- 4 主体金具(金属嵌合部材)
- 4 f 主体金具先端部
- 4 r 主体金具後端部
- 10 セラミック抵抗体
- 11 第一抵抗体部分(抵抗発熱体)
- 12、12 第二抵抗体部分
- 12a 第1ヒータ端子 (ヒータ端子)
- 12b 第2ヒータ端子 (ヒータ端子)
- 14 第1端子リング(金属嵌合部材)
- 4 1 金属層
- 4 1 a 嵌合面 (金属層の表面)
- 50 グロープラグ

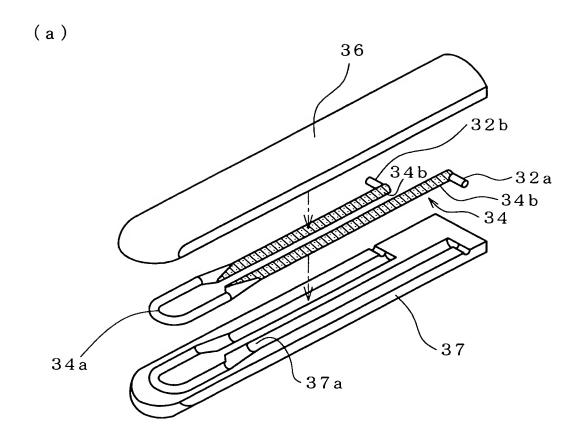
【書類名】図面 【図1】

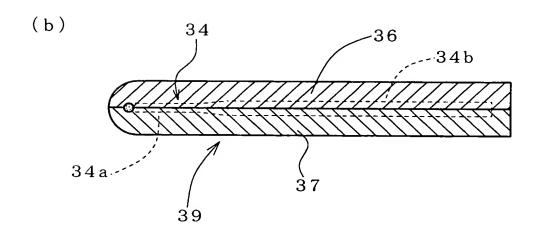


【図2】

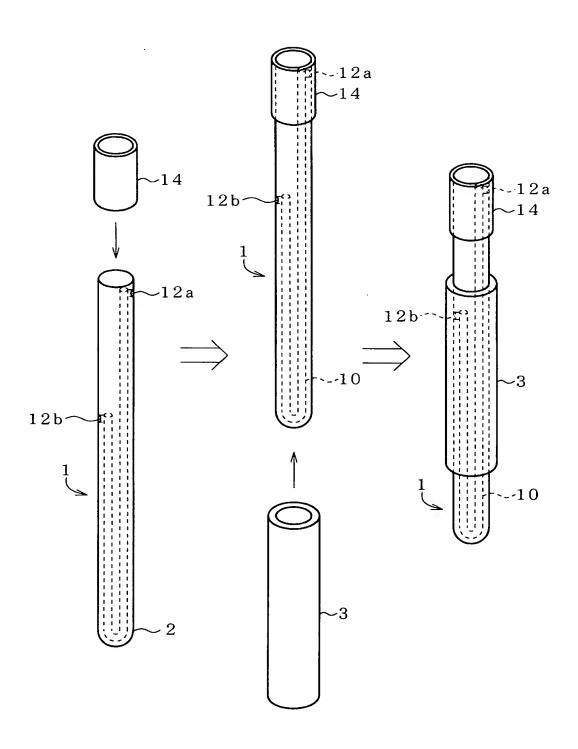


【図3】

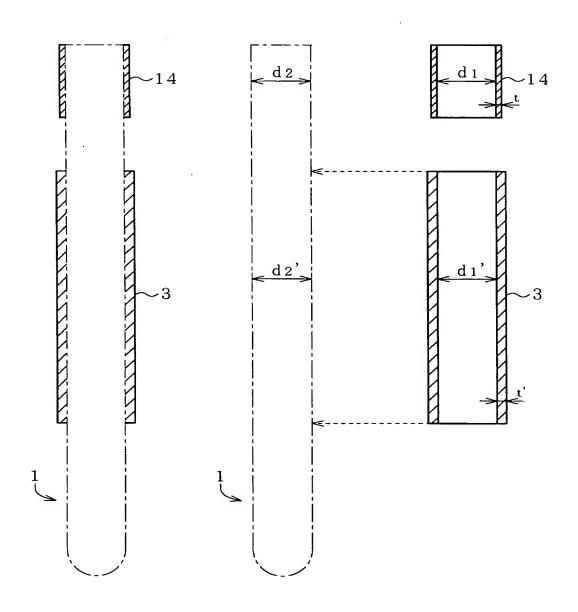




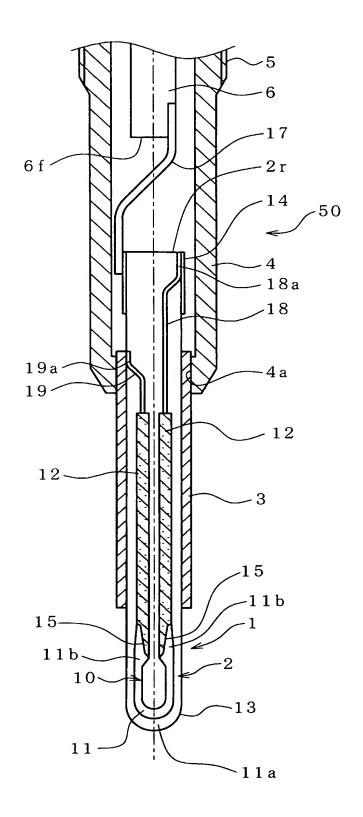
【図4】



【図5】

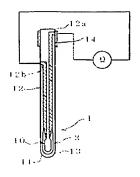


【図6】

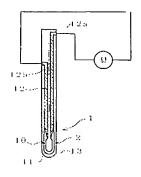


# 【図7】 (a)

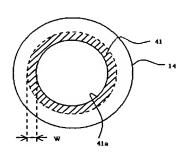




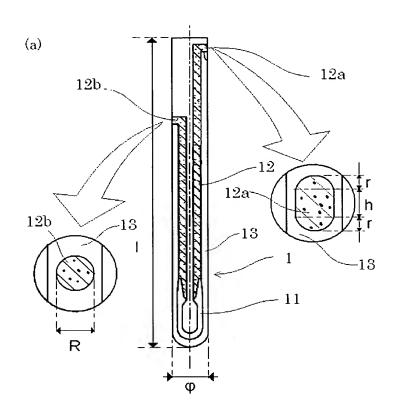
(b)



# 【図8】

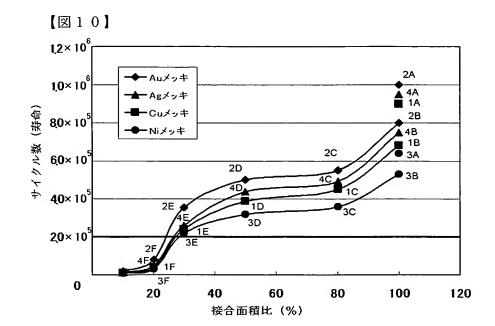


【図9】



(R)									
	実験例A	実験例B	実験例C	実験例D	実験例E	実験例F			
被殺ヒータ 端子面積	1. 0S(S=s)	1. 0S(S=s)	0. 8S(S>s)	0. 5S(S>s)	0.35(S>s)	0. 2S(S>s)			
	41	41	41	41 12a	41	41 12a			
	1	1	1	_ 1	_ 1				
	災被獲ビータ端子面積sとは露出部と金属層が当接している割合を示す。								

【図10】



【書類名】要約書

【要約】

【課題】 金属リング、セラミックヒータの接合部の接触抵抗の上昇を抑制する効果を有するグロープラグを提供する。

【解決手段】 グロープラグ50は、自身の先端部に抵抗発熱体11が埋設されているセラミックヒータ1を有する。また、抵抗発熱体11に通電するための第1及び第2ヒータ端子12a、12bがセラミックヒータ1の外周面に露出形成されている。そして、セラミックヒータ1の外周面に露出している第1及び第2ヒータ端子12a、12bを覆うとともに、これと導通する金属嵌合部材としての第1及び第2端子リング14、3が、セラミックヒータ1の外周面に締まり嵌め状態にて取り付けられている。さらに、第1及び第2端子リング14、3の内周面にはイオン化傾向がNi以下の金属層が形成されている。

【選択図】 図2



# 出願人履歴情報

識別番号

[000004547]

1. 変更年月日

1990年 8月 8日

[変更理由]

新規登録

住 所

愛知県名古屋市瑞穂区高辻町14番18号

氏 名 日本特殊陶業株式会社